

Министерство образования и науки РФ

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК 669.3:621.771

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по науке  
\_\_\_\_\_ Кружаев В.В.  
«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2013

## ОТЧЕТ

### О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.1.2.2.3 Плана реализации мероприятий Программы развития УрФУ  
на 2013 год

ПО ТЕМЕ:

**«Особенности формирования структуры, текстуры и свойств в металлургическом  
цикле производства медных полуфабрикатов электротехнического и  
теплотехнического назначения»**

(Заключительный)

Зав.кафедрой

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

А.А. Попов

Научный руководитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

С.Л. Демаков

Исполнитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

М.А. Иванова

Екатеринбург 2013

## Реферат

1. ФИО автора (ов): Иванова Мария Александровна, Ivanova Maria Alexandrovna

2. Аннотация: Целью исследования является выяснение степени однородности структуры и свойств медной катанки и достаточности параметров промышленного отжига труб из теплотехнической меди.

Выполнены дюрOMETрические измерения, применены металлографические методы исследования, в том числе оптической и электронной микроскопии с использованием дифракции обратнорассеянных электронов, а так же приемы текстурного анализа. В первой части работы выявлена слабовыраженная текстура рекристаллизации, которая повторяет текстуру прокатки  $\{110\}<112>$ . Средняя твердость по Виккерсу составляет 71 HV. Область применения результатов – производство изделий из меди электротехнического назначения.

Во второй части работ выполнен анализ состояния специальных границ. Выявлено, что в деформированном состоянии частотная диаграмма Шмида имеет два максимума, что объясняется наличием текстурных компонент  $<111>$  и  $<100>$ . Пик частотного распределения после отжига сдвигается. Область применения результатов – производство изделий из меди теплотехнического назначения.

The object of research is definition of the homogeneity degree of structure and properties wire rod and clarification of sufficiency of industrial method parameters of pipes annealing from the heat engineering copper.

Durometer researches were carried out along with application of metallographic research methods, including optical microscopy and electronic microscopy with usage of diffraction of back-scattered electrons. Method of textural analysis was also applied. In the first part of the work texture is presented by low-defined recrystallization texture, which repeats the rolling texture  $\{110\}<112>$ . Average Vickers hardness is 71 HV. Manufacturing of products from electrotechnical appointment copper is the results application area.

There was carried out the analysis of condition of special borders in the second part of the work. There is defined that the Schmid frequency diagram in the deformed condition has two maximums, which is explained by the textural components  $<111>$  and  $<100>$ . After the process of annealing, the peak of frequency distribution of a Schmid factor moves. Manufacturing of products from heat engineering appointment copper is the results application area.

3. Ключевые слова: Медь, структура, текстура, катанка, деформация, волочение, рекристаллизация. (copper, structure, texture, wire rod, deformation, drawing, recrystallization).

Тема отчета: Особенности формирования структуры, текстуры и свойств в металлургическом цикле производства медных полуфабрикатов электротехнического и теплотехнического назначения (Features of formation of structure, texture and properties in metallurgical production cycle of copper semi-finished of electrotechnical and heat engineering purposes)

## СОДЕРЖАНИЕ

Реферат .....	2
Обозначения и сокращения .....	4
Введение.....	4
Основная часть .....	4
Заключение .....	7
Список использованных источников.....	9

## ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ДОЭ – метод дифракции обратнорассеянных электронов

ППФ – прямые полюсные фигуры

## ВВЕДЕНИЕ

Современная технология получения медных труб основана на применении процессов литья, горячей и холодной деформации. Горячая деформация осуществляется, как правило, методом прессования на гидравлических прессах. После получения горячепрессованной заготовки последующая деформация осуществляется в холодном состоянии и состоит в достаточно большом количестве переходов волочения. В отличие от сплавов меди технически чистая медь может быть обработана волочением с накоплением значительной степени деформации без отжигов. Высоко нагартованное состояние меди до сих пор является объектом изучения широкого круга специалистов [1, 2, 3, 4]. Последствия приложения больших деформаций сказываются на выборе параметров окончательного отжига для достижения необходимого уровня свойств [5, 6, 7, 8, 9]. Исследования тонкой структуры современными методами позволяют сделать выводы о степени рекристаллизации металла, как это было показано на примере исследования отжига холоднокатаной меди марки М1 в статье [10].

Задачей исследования является сравнение характеристик теплотехнической меди в состоянии повышенной нагартовки и в отожженном состоянии, достигнутым в промышленных условиях обработки медных труб.

Медную проволоку электротехнического назначения применяют в качестве проводника тока в системах распределения электроэнергии, кабелях, трансформаторах, обмотках двигателей и генераторов. Наибольший объем проволоки производят по технологической схеме, включающей непрерывную разливку, горячую прокатку и волочение. Заготовкой для волочильного производства является катанка, полученная по схеме последовательного обжатия литого полуфабриката калиброванными валками. В волочильном производстве важным является исходное состояние материала, подвергающегося холодной деформации, поскольку от этого зависит сохранение пластичности проволоки по проходам волочения и возможность многократной обработки без отжигов. В данной работе рассмотрены особенности формирования структуры медной катанки.

## ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

Горячедеформированную трубную заготовку из меди марки М1р получали прессованием на прессе 31,5 МН в условиях проведения безокислительного процесса. При этом наружная поверхность стенки заготовки защищалась прессованием в воду, а внутренняя поверхность защищена вакуумированием за счет работы прошивной системы прессы и получением передней и задней защитных пробок. Полученную заготовку подвергали волочению на самоустанавливающихся оправках до достижения наружного диаметра 2,10 мм, внутреннего диаметра 0,8 мм. Достигнутое холоднодеформированное состояние характеризуется относительным обжатием 99,4 %. Затем образцы подвергли отжигу в вакуумной печи при температуре 500°С в течение 5,5 часов. Химический состав меди марки М1р по ГОСТ 859-2001 следующий: Cu+Ag – не менее 99,90мас%; примеси(не более, масс.%): Bi 0,001; Fe 0,005; Ni 0,001; Zn 0,005; Sn 0,002; Sb 0,002; As 0,002; Pb 0,005; S 0,005; O<sub>2</sub> 0,01; фосфор введен как раскислитель для связывания вредных примесей и улучшения жидкотекучести при содержании 0,002-0,012 мас%.

Отжиг приводит к практически полному исчезновению деформированных зерен, и переводу их в рекристаллизованное состояние. Статистика показала, что после отжига доля рекристаллизованных зерен составляет 88,5 %, доля субзерен – 11,2 %, доля деформированных зерен 0,3 %. Отклонение от нуля последнего показателя, скорее всего, связано с отнесением дефектов структуры к деформированным зернам.

В соответствии с требованиями ГОСТ 21073 выполнено измерение размера зерна меди в состоянии отжига методом секущих. Выявлено, что средний размер зерна составляет 9,9 мкм при совпадении с медианой и модой, стандартное отклонение равно 1,86, а дисперсия выборки 3,48.

Следует отметить, что режимы отжига меди в промышленных условиях могут в большой мере отличаться от лабораторных. Например, стандартным вариантом отжига электротехнической меди при малых объемах металла является выдержка отжигаемого материала при температуре 200°С в течение 1 ч. Однако при промышленном отжиге в вакууме придется учесть время на создание вакуума, разогрев пространства печи и садки, а также на последующее охлаждение. Придется учесть также, что в условиях вакуума отпадает возможность теплопередачи за счет конвективной составляющей, при этом нагрев излучением направлен только на материал, расположенный наиболее близко к нагревателю, остальная теплопередача осуществляется за счет теплопроводности, которую ухудшает вакуумированное пространство между витками заготовки. Кроме того, в промышленном

варианте необходимо дополнительное время для разогрева большого количества металла. Химический состав теплотехнической меди отличается от состава электротехнической меди, в первой содержится большее количество примесей, влияющих на температуру начала рекристаллизации.

Выполненными измерениями показано, что промышленный вариант отжига теплотехнической меди при 550°C в течение 5,5 ч является достаточным для прохождения процесса рекристаллизации при отсутствии значимого роста размера зерна. Пик частотного распределения фактора после отжига сдвигается в сторону больших значений.

Применительно к такому материалу, как медь при применении ее в качестве теплопроводящего материала характеристика межзёренных границ становится важной, так как поверхности раздела зёрен (кристаллитов) создают дополнительный барьер на пути процессов теплопередачи. Кроме того высокая энергия границ и относительно слабая связь в большинстве межзёренных границ часто делает их предпочтительным местом для возникновения коррозии. В связи с таким влиянием вида границ на свойства металла, выполняются работы по моделированию атомных конфигураций кристаллов, что для меди, например, осуществлено в работе [11].

В связи с изложенным выполнен анализ состояния специальных границ в изучаемом материале. Анализ показывает, что для деформированного состояния достигается совпадение границ решеток на различных уровнях, а для отожженного состояния – наиболее высока вероятность совпадения каждого третьего атома и доля специальных границ типа  $\Sigma 3$  близка к 100%.

В данной работе рассмотрены особенности формирования структуры медной катанки. Исследуемый материал: медь марки ЕТР в виде катанки, прошедшей стадию горячей сотовой прокатки из заготовки.

При сортовой прокатке за счет последовательного обжатия валками происходит горячая деформация меди, которая сопровождается процессами:

- формоизменения (форма изменяется от прямоугольной до круглой с уменьшением поперечного сечения);
- уплотнение литого металла посредством объемной пластической деформации;
- упрочнение за счет пластической деформации сдвига;
- динамической рекристаллизации металла, находящегося в калибре;
- статической рекристаллизации металла вне калибра.

Результатом горячей прокатки является измельчение зерна и повышение степени изотропности металла.

Одним из основных показателей структурного состояния являются размеры и форма зерен. На первом этапе мы изучали ее методом оптической микроскопии.

В теле зерен видно достаточно большое количество двойников отжига, растущих от границ в виде характерных полос.

На следующем этапе работ применили метод дифракции обратнорассеянных электронов (ДОЭ). Посредством анализа ППФ обнаружено, что в центральной зоне полуфабриката находится слабовыраженная текстура рекристаллизации, которая повторяет текстуру прокатки  $\{110\}\langle 112\rangle$ . Зоны, где в литой заготовке были кристаллиты, расположенные в различных направлениях, участки с кристаллизацией сверху и снизу слитка, поле горячей прокатки имеют практически идентичные характеристики. Таким образом, текстура заготовки оказывается симметричной, что указывает на сбалансированность деформационных и тепловых полей.

В периферийной зоне катанки карты ориентаций и ППФ так же подобны друг другу независимо от первоначального их расположения в литой заготовке. В этих случаях видна слабовыраженная текстура рекристаллизации, близкая к текстуре волочения с двумя главными направлениями  $\langle 100\rangle$  и  $\langle 111\rangle$ .

Таким образом в ходе анализа исходного состояния установлено, что наследственность структурного и текстурного состояний литой заготовки с ее дендритным строением в катанке проявляется слабо. В целом состояние можно оценить как малотекстурованное, что объясняется тем, что довольно интенсивная деформация сопровождалась процессами динамической и статической рекристаллизации, прошедшими в достаточно полном объеме.

Выявлено, что размер зерна увеличивается от центра к периферии. Факт увеличения зерна можно объяснить различиями в степени деформации.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполнено сравнение структурных характеристик меди теплотехнического назначения в деформированном и отожженном состоянии.

Выявлено, что проведение промышленного отжига в вакууме при температуре 550°C в течение 5,5 ч приводит теплотехническую медь к рекристаллизованному состоянию при достижении средней величины зерна 9,9 мкм.

Деформированное состояние теплотехнической меди характеризуется разнообразием частот совпадения узлов границ решеток (CSL) при доминировании  $\Sigma 3$  границ

Отожженное состояние теплотехнической меди характеризуется полным доминированием  $\Sigma 3$  границ.

Основные результаты работ отражены в публикациях:

1. Иванова М.А., Логинов Ю.Н., Демаков С.Л., Илларионов А.Г., Романов В.А. Структурное состояние медной катанки, полученной при непрерывном процессе литья – прокатки / Цветные металлы, № 8, 2013, С. 87-92
2. Иванова М.А., Логинов Ю.Н., Шалаева М.С., Демаков С.Л., Илларионов А.Г. Сравнение структур теплотехнической меди в высоко-нагартованном и рекристаллизованном состояниях / Цветные металлы, № 8, 2013, С. 92-96
3. Иванова М.А., Демаков С.Л., Логинов Ю.Н., Илларионов А.Г., Карабаналов М.С. Возникновение пористых структур в кислородсодержащей меди при деформационном воздействии / Физическая мезомеханика (в печати)
4. Иванова М.А., Степанов С. И. Демаков С. Л. Логинов Ю. Н. Илларионов А. Г. Рекристаллизация нагартованной меди с позиции динамического механического анализа / Заводская лаборатория (в печати)



## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Benyoucef M., Jakani S., Baudin T., Mathon M. H., Penelle R. Study of deformation microstructure and static recovery in copper after cold drawing. *Materials science forum*. 2004. V. 467 – 470. P. 27-32
2. Логинов Ю.Н., Демаков С.Л., Илларионов А.Г., Карабаналов М.С. Расчет деформаций и экспериментальное исследование текстуры в нагартованной медной проволоке. *Деформация и разрушение материалов*. 2011, №5. С. 38-44.
3. WANG Jun-li, XU Rui-dong, WANG Shao-hua, QIAN Tian-cai, SHI Qing-nan. Formation mechanism and organizational controlling of ultra-fine-grain copper processed by asymmetrical accumulative rolling-bond and annealing. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012. V.22, Iss. 11, P. 2672-2678.
4. Логинов Ю.Н., Шалаева М.С., Овчинников А.С. О гипотезе разрушения внутренней поверхности капиллярных медных трубок при волочении. *Обработка материалов давлением: КШП-ОМД*, 2011, №12. С. 3-9.
5. Shigematsu T., Morita K., Fujii Y., Shigi T., Nakamura M., Yamaguchi M. Investigation of annealing effects of ultra pure copper. *Cryogenics*, 1992, V. 32, Iss. 10. P. 913-915.
6. Field D.P., Eames R.C., Lillo T.M. The role of shear stress in the formation of annealing twin boundaries in copper. *Scripta Materialia*, 2006. V.54, Iss. 6, P. 983-986.
7. Mohammed Haouaoui, K. Ted Hartwig, E. Andrew Payzant. Effect of strain path on texture and annealing microstructure development in bulk pure copper processed by simple shear. *Acta Materialia*, 2005. V. 53, Iss. 3. P. 801-810.
8. Waryoba D.R., Kalu P.N., Crooks R. Grain-boundary structure of oxygen-free high-conductivity (OFHC) copper subjected to severe plastic deformation and annealing. *Materials Science and Engineering: A*, 2008. V. 494, Iss. 1–2, 25, P. 47-51.
9. Демаков С.Л., Логинов Ю.Н., Илларионов А.Г., Иванова М.А., Карабаналов М.С. Влияние температуры отжига на текстуру в медной проволоке. *Физика металлов и металловедение*, 2012, Т.113. №7, С.720-726.
10. Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В., Мышляев М.М. Выявление рекристаллизованной структуры посредством автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов. *Физика твердого тела*, 2012, том 54, вып. 4. С.
11. Старостенков М.Д., Харина Е.Г., Ракитин Р.Ю. Атомная конфигурация специальных границ зерен в ГЦК решетках меди и никеля. *Ползуновский альманах*, 2008. № 3. С. 29-32.